

Emisi gas buang – Sumber tidak bergerak – Bagian 20: Penentuan kadar logam



© BSN 2009

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Mangala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Cara pengambilan contoh uji.....	2
5 Perhitungan	15
6 Pengendalian mutu.....	18
Lampiran A (normatif) Pelaporan.....	20
Lampiran B (informatif) Diagram alir perolehan kembali contoh uji	231
Lampiran C (informatif) Diagram alir persiapan dan pelaksanaan pengujian penampung no. 1, 2, 3 dan 4.....	23
Lampiran D (informatif) Diagram alir persiapan dan pelaksanaan pengujian penampung no. 5A, 5B dan 5C	24
Lampiran E (normatif) Metode pengukuran masing-masing logam.....	25
Lampiran F (informatif) Disain <i>impinger</i>	26
Bibliografi	27
Gambar 1 - Contoh rangkaian peralatan pengambilan contoh uji dari emisi sumber tidak bergerak.....	6
Gambar 2 - <i>Outlet probe</i> dan <i>inlet filter</i>	8
Gambar 3 - <i>Outlet impinger</i>	8
Gambar 4 - <i>Outlet filter holder</i> dan <i>inlet impinger</i>	9
Gambar B.1 - Diagram alir perolehan kembali contoh uji (Bagian 1)	1
Gambar B.2 - Diagram alir perolehan kembali contoh uji (bagian 2).....	22
Gambar C.1 - Diagram alir persiapan dan pelaksanaan pengujian penampung no. 1, 2, 3 dan 4.....	23
Gambar D.1 - Diagram alir persiapan dan pelaksanaan pengujian penampung no. 5A, 5B dan 5C	24
Gambar F.1 - Disain <i>impinger</i>	26
Tabel E.1 - Metoda pengukuran masing-masing logam dengan beberapa alat analisis	25

Prakata

Dalam usaha untuk menyeragamkan teknik pengujian kualitas udara emisi gas buang sumber tidak bergerak maka disusunlah Standar Nasional Indonesia (SNI) untuk pengujian parameter-parameter kualitas tersebut.

SNI tentang cara penentuan kadar logam dari emisi sumber tidak bergerak ini disusun dengan menggunakan referensi *Method 29 USEPA: Determination of metals emissions from stationary sources*. SNI ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis 13-03-S2, *Kualitas Udara* dari Panitia Teknis 13-03, *Kualitas Lingkungan dan Manajemen Lingkungan* dengan para pihak terkait.

SNI ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis dan pemerintah terkait pada tanggal 5 Februari 2008 di Serpong dan telah melalui jajak pendapat pada tanggal 23 Desember 2008 sampai dengan tanggal 23 Februari 2009.



Emisi Gas Buang – Sumber Tidak Bergerak – Bagian 20: Penentuan kadar logam

1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk penentuan kadar logam dari emisi gas buang sumber tidak bergerak. Lingkup pengujian meliputi:

1. Cara pengambilan contoh uji logam.
2. Cara penanganan contoh uji logam di lapangan.
3. Cara preparasi contoh uji logam di laboratorium.
4. Cara pelaksanaan pengujian menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom (AAS) secara nyala dan hidrid, Spektrofotometer Serapan Atom menggunakan tungku karbon (GFAAS), *Inductively Coupled Argon Plasma Emission Spectroscopy* (ICAP) dan Spektrofotometer Serapan Atom dengan sistem uap dingin (CVAAS).
5. Cara perhitungan volume gas buang yang dihisap.
6. Cara penentuan kadar Hg dan non-Hg meliputi: Sb, As, Ba, Be, Cd, Cr, Co, Cu, Pb, Mn, Ni, P, Se, Ag, Tl dan Zn.

2 Acuan normatif

ASTM D1193, *Standard Specification for Reagent Water*

Method 29 USEPA: *Determination of metals emissions from stationary sources.*

Method 5 USEPA: *Determination of particulate emissions from stationary sources.*

SNI 19-6964.2-2003, *Kualitas air laut - Bagian 2: Cara uji merkuri (Hg) secara cold vapour dengan spektrofotometer serapan atom (SSA) atau mercury analyzers.*

SNI 7117.17:2009, *Emisi gas buang – Sumber tidak bergerak – Bagian 17: Penentuan kadar partikulat secara isokinetis.*

3 Istilah dan definisi

3.1

blanko laboratorium

larutan penjerap gas yang diperlakukan sebagai kontrol kontaminasi selama preparasi dan penentuan contoh uji di laboratorium

3.2

blanko lapangan

larutan penjerap yang diperlakukan sebagai kontrol kontaminasi selama pengambilan contoh uji di lapangan dan dalam perjalanan

3.3

emisi

zat, energi dan atau komponen lain yang dihasilkan dari kegiatan yang masuk atau dimasukkan ke udara ambien

3.4

kadar partikulat

massa partikel padatan atau bukan padatan yang terkandung dalam 1 m³ gas buang kering, dikoreksi pada kondisi normal (25 °C, 760 mmHg), dalam satuan mg/Nm³

3.5

kurva kalibrasi

grafik yang menyatakan hubungan antara kadar larutan standar dengan hasil pembacaan serapan sesuai Hukum *Lambert-Beer* dan merupakan suatu garis lurus

3.6

larutan induk

larutan standar kadar tinggi yang digunakan untuk membuat larutan standar kadar lebih rendah

3.7

larutan pencuci

larutan yang digunakan untuk menghilangkan gas-gas yang terperangkap di dalam pipa pengambil contoh uji

3.8

larutan penjerap (absorben)

larutan yang dapat menyerap analat

3.9

larutan standar

larutan dengan kadar yang telah diketahui untuk digunakan sebagai pembanding di dalam pengujian

3.10

mg/Nm³

satuan ini dibaca sebagai miligram per normal meter kubik, notasi N menunjukkan satuan volum hisap kering gas buang, dikoreksi pada kondisi normal (25 °C, 760 mmHg)

3.11

partikulat

partikel padatan atau bukan padatan yang terbawa dalam gas buang

3.12

pengambilan contoh uji secara isokinetik

laju alir gas buang yang dihisap melalui *nozzle* harus sama (toleransi $\pm 10\%$) dengan laju alir gas buang dalam cerobong

3.13

pengendalian mutu

kegiatan yang bertujuan untuk mengendalikan kesalahan mulai dari pengambilan contoh uji sampai analisis

4 Cara pengambilan contoh uji

4.1 Prinsip

Contoh uji dari sumber emisi tidak bergerak diambil secara isokinetik, partikulat terkumpul dalam *probe* dan filter sedangkan emisi gas dijerap dalam larutan penjerap. Contoh uji dari masing-masing penampung dipisahkan ke dalam fraksi-fraksi untuk dipreparasi sesuai dengan logam target yang akan dianalisis. Analisis menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom dengan nyala (AAS) atau Spektrofotometer Emisi Plasma terinduksi (ICAP) dilakukan untuk mengetahui kadar Sb, As, Ba, Be, Cd, Cr, Co, Cu, Pb, Mn, Ni, P, Se, Ag, Tl dan Zn. Adapun Spektrofotometer Serapan Atom dengan Tungku Karbon (GFAAS) digunakan untuk mengetahui kadar Sb, As, Cd, Co, Pb, Se, dan Tl; dimana dibutuhkan sensitivitas analisis

yang lebih besar. AAS Hidrid dapat digunakan untuk alternatif pengukuran As dan Se. Sedangkan Spektrofotometer Serapan Atom dengan sistem uap dingin (CVAAS) digunakan untuk logam Hg.

4.2 Pengganggu

Besi (Fe) dapat menimbulkan gangguan spektrum selama analisis As, Cr dan Cd menggunakan ICAP. Umumnya gangguan ini dapat dikurangi dengan mengencerkan contoh uji, tetapi pengenceran mengakibatkan naiknya nilai limit deteksi. Koreksi latar belakang dan koreksi tumpang tindih (*background and overlap corrections*) dapat dilakukan untuk mengantisipasi gangguan spektrum. Adapun untuk pengukuran menggunakan spektrofotometer serapan atom secara tungku karbon; penggunaan *matrix modifiers* diperlukan untuk membatasi gangguan.

4.3 Bahan

4.3.1 Bahan untuk pengambilan contoh uji

- a) filter serat kuarsa atau gelas fiber dengan ketentuan tidak mengandung perekat organik dan kandungan logam-logam kurang dari $1,3 \mu\text{g}/\text{in}^2$;
- b) asam nitrat pekat (HNO_3) 70 % w/w d = 1,42;
- c) asam klorida pekat (HCl) 35 % w/w d = 1,18;
- d) hidrogen peroksida (H_2O_2) 30 %;
- e) kalium permanangat (KMnO_4);
- f) asam sulfat pekat (H_2SO_4) 96 % w/w d = 1,84;
- g) aseton;
- h) silika gel pengering;
- i) es batu;
- j) air suling bebas logam sesuai ASTM D1193;
- k) air suling bebas merkuri;
Ke dalam 1000 mL air suling tambahkan kurang lebih 0,5 g KMnO_4 . Destilasi dan tampung destilat ke dalam botol gelas bebas merkuri, gunakan air suling ini untuk pengujian.
- l) larutan penjerap non merkuri (HNO_3 5 % - H_2O_2 10 %);
Tambahkan dengan hati-hati 50 mL HNO_3 pekat ke dalam labu ukur 1000,0 mL yang telah berisi air suling sekitar 500 mL, sambil diaduk tambahkan dengan hati-hati 333 mL H_2O_2 30 %. Encerkan dengan air suling hingga tanda batas dan homogenkan. Larutan ini setidaknya mengandung logam-logam target (non-merkuri) lebih rendah dari 2 ng/mL.
- m) larutan HNO_3 10 % (v/v);
Tambahkan dengan hati-hati 500 mL HNO_3 pekat ke dalam labu ukur 5000,0 mL yang berisi air suling 4000 mL sambil diaduk. Encerkan dengan air suling sampai tanda batas. Homogenkan. Larutan ini setidaknya mengandung logam target lebih rendah dari 2 ng/mL.
- n) larutan HNO_3 5 % (v/v);
Tambahkan dengan hati-hati 50 mL HNO_3 pekat ke dalam labu ukur 1000,0 mL yang berisi air suling 800 mL sambil diaduk. Encerkan dengan air suling sampai tanda batas. Homogenkan. Larutan ini setidaknya mengandung logam target lebih rendah dari 2 ng/mL.
- o) larutan HNO_3 0,1 N;
Tambahkan 6,3 mL HNO_3 pekat ke dalam labu ukur 1000,0 mL yang telah berisi 900 mL air suling sambil diaduk. Encerkan dengan air suling sampai tanda batas. Homogenkan. Larutan ini setidaknya mengandung logam target lebih rendah dari 2 ng/mL.
- p) larutan H_2SO_4 10 % (v/v);
Campurkan dengan hati-hati dan dengan diaduk 100 mL H_2SO_4 pekat ke dalam labu ukur 1000,0 mL yang berisi 800 mL air suling. Encerkan dengan air suling sampai tanda batas. Homogenkan.

- q) larutan penjerap logam merkuri (KMnO_4 4 %)(w/v);
- 1) larutkan 40 g KMnO_4 ke dalam labu ukur 1000,0 mL yang berisi 800 mL larutan H_2SO_4 10 % dengan diaduk;
 - 2) encerkan dengan larutan H_2SO_4 10 % sampai tanda batas;
 - 3) simpan dalam botol gelas berwarna coklat untuk menghindari degradasi. Larutan ini setidaknya mengandung logam target (Hg) lebih rendah dari 2 ng/mL.

CATATAN 1 Untuk menghindari dekomposisi secara autokatalitik dari larutan permanganat, lakukan penyaringan larutan melalui kertas saring *Whatman* 541 dengan porositas 20 μm - 25 μm atau setara.

CATATAN 2 Larutan ini dibuat segar setiap akan melakukan pengambilan contoh uji.

- r) larutan HCl 8 N;
 Tambahkan dengan hati-hati 690 mL HCl pekat ke dalam labu ukur 1000,0 mL yang berisi air suling 250 mL sambil diaduk. Encerkan dengan air suling sampai tanda batas. Homogenkan. Larutan ini setidaknya mengandung logam target lebih rendah dari 2 ng/mL.

4.3.2 Bahan untuk pengujian

- a) filter *Whatman* 541 dengan porositas 20 μm - 25 μm atau setara untuk penyaringan larutan penjerap;
- b) filter *Whatman* 40 dengan porositas 8 μm atau setara untuk penyaringan hasil destruksi;
- c) asam nitrat pekat (HNO_3) 70 % w/w d = 1,42;
- d) asam klorida pekat (HCl) 35 % w/w d = 1,18;
- d) asam flourida pekat (HF);
- e) hidrogen peroksida (H_2O_2) 30 %;
- f) kalium permanangat (KMnO_4);
- g) asam sulfat pekat (H_2SO_4) 96 % w/w d = 1,84;
- h) hidroksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$);
- i) natrium klorida (NaCl);
- j) timah (II) klorida (SnCl_2);
- k) kalium persulfat ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$);
- l) air suling bebas logam sesuai ASTM D1193;
- m) air suling bebas merkuri;
 ke dalam 1000 mL air suling tambahkan kurang lebih 0,5 g KMnO_4 . Destilasi dan tampung destilat ke dalam botol gelas bebas merkuri, gunakan air suling ini untuk pengujian.
- n) larutan H_2SO_4 10 % (v/v);
 Lakukan pembuatan larutan ini sesuai dengan langkah 4.3.1.p).
- o) larutan HNO_3 0,1 N;
 Lakukan pembuatan larutan ini sesuai dengan langkah 4.3.1.o).
- p) larutan HCl 8 N;
 Lakukan pembuatan larutan ini sesuai dengan langkah 4.3.1.r).
- q) larutan HNO_3 10 % (v/v);
 Lakukan pembuatan larutan ini sesuai dengan langkah 4.3.1.m).
- r) larutan HNO_3 50 % (v/v);
 Tambahkan dengan hati-hati 125 mL HNO_3 pekat ke dalam gelas piala 250 mL yang berisi air suling 100 mL sambil diaduk. Encerkan dengan air suling sampai tanda batas. Homogenkan. Larutan ini setidaknya mengandung logam target lebih rendah dari 2 ng/mL.
- s) larutan HNO_3 5 % (v/v);
 Lakukan pembuatan larutan ini sesuai dengan langkah 4.3.1.n).
- t) larutan KMnO_4 5 % (w/v);
 Timbang 5 g KMnO_4 , larutkan dalam 100 mL air suling bebas merkuri.

- u) larutan kalium persulfat ($K_2S_2O_8$) 5 % (w/v);
Timbang 5 g $K_2S_2O_8$, larutkan dalam 100 mL air suling bebas merkuri.
- v) hidroksilamin hidroklorida ($NH_2OH.HCl$) 10 %;
Timbang 10 g hidroksilamin hidroklorida, larutkan dalam 100 mL air suling bebas merkuri.
- w) timah (II) klorida, $SnCl_2$ 10 %.
Timbang 10 g $SnCl_2$, larutkan dalam 20 mL HCl pekat kemudian tambahkan air suling bebas merkuri sampai volume 100 mL.

4.3.3 Larutan standar dan *matrix modifier*

- a) nikel nitrat ($Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) p.a;
- b) lantanum klorida ($LaCl_3$) p.a;
- c) Hg standar (AAS grade), 1000 $\mu g/mL$;
- d) Pb standar (AAS grade), 1000 $\mu g/mL$;
- e) As standar (AAS grade), 1000 $\mu g/mL$;
- f) Cd standar (AAS grade), 1000 $\mu g/mL$;
- g) Cr standar (AAS grade), 1000 $\mu g/mL$;
- h) Sb standar (AAS grade), 1000 $\mu g/mL$;
- i) Ba standar (AAS grade), 1000 $\mu g/mL$;
- j) Be standar (AAS grade), 1000 $\mu g/mL$;
- k) Co standar (AAS grade), 1000 $\mu g/mL$;
- l) Cu standar (AAS grade), 1000 $\mu g/mL$;
- m) Mn standar (AAS grade), 1000 $\mu g/mL$;
- n) Ni standar (AAS grade), 1000 $\mu g/mL$;
- o) P standar (AAS grade), 1000 $\mu g/mL$;
- p) Se standar (AAS grade), 1000 $\mu g/mL$;
- q) Ag standar (AAS grade), 1000 $\mu g/mL$;
- r) Tl standar (AAS grade), 1000 $\mu g/mL$;
- s) Zn standar (AAS grade), 1000 $\mu g/mL$;
- t) Al standar (AAS grade), 1000 $\mu g/mL$; dan
- u) Fe standar (AAS grade), 1000 $\mu g/mL$.

4.4 Peralatan

4.4.1 Peralatan pengambilan contoh uji

- a) *probe* dan nosel terbuat dari *Borosilicate* atau *Quartz glass*;
- b) batang *probe*;
- c) tabung Pitot tipe-S;
- d) manometer inklinasi;
- e) filter *holder* terbuat dari gelas;
- f) filter *support* terbuat dari bahan teflon atau bahan non logam;
- g) sistem pemanas filter;
- h) *ice bath*;
- i) *dry gas meter*;
- j) barometer;
- k) sikat pembersih batang *probe* dan nosel;
- l) botol contoh uji;

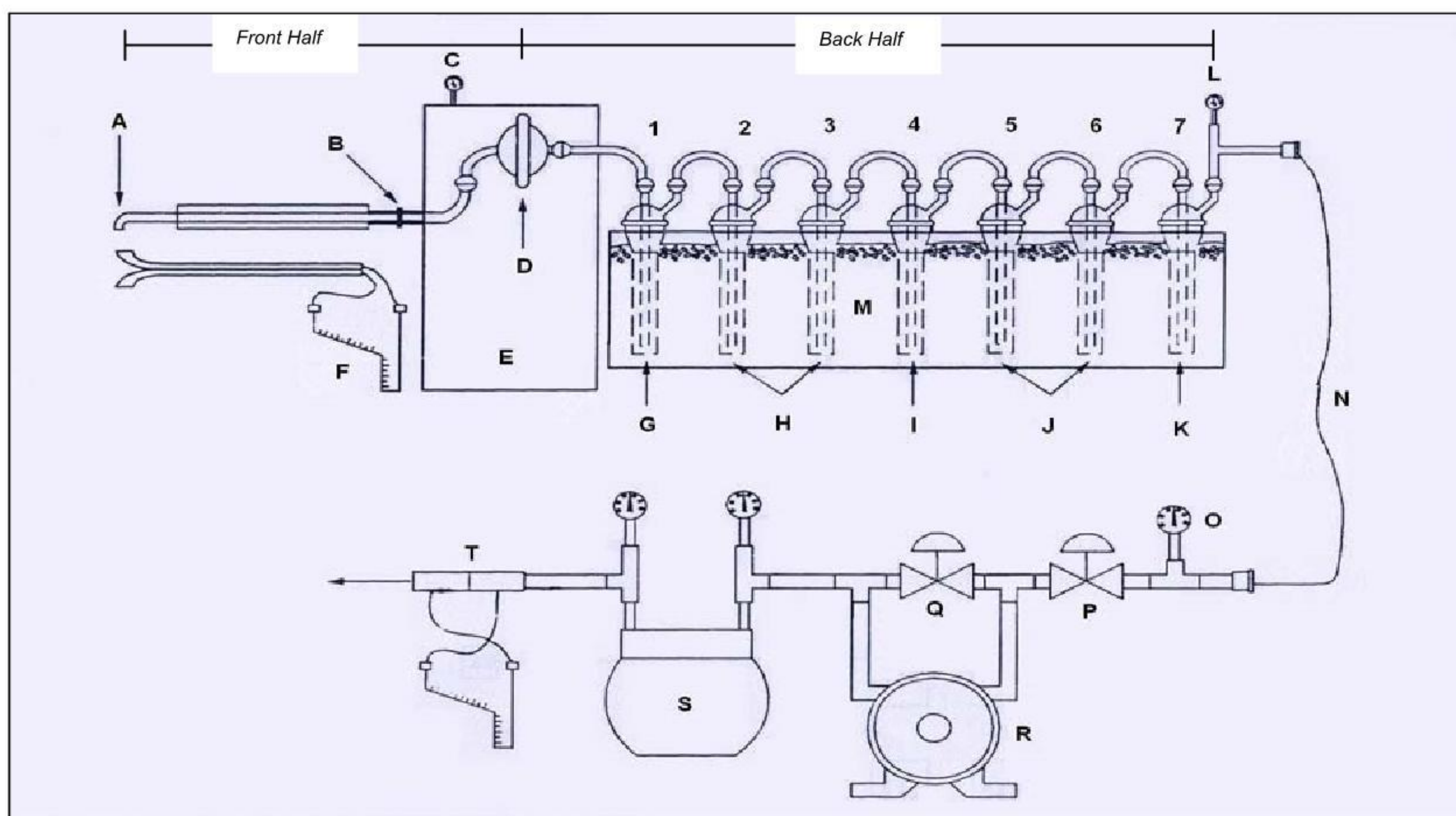
CATATAN 1 Gunakan botol gelas coklat dengan penutup *Teflon liner* dimana tidak bereaksi dengan larutan oksidator; kapasitas 500 mL - 1000 mL untuk menyimpan larutan contoh uji dan blanko asam-permanganat.

CATATAN 2 Gunakan botol gelas biasa atau plastik polietilen untuk contoh uji lainnya.

- m) botol semprot;
- n) botol penjerap (*impinger*);

- o) cawan petri atau amplop filter;
- p) timbangan dengan ketelitian 0,5 g;
- q) gelas piala;
- r) gelas ukur;
- s) corong;
- t) desikator;
- u) temperatur *gauge*;
- v) pinset;
- w) label;
- x) sarung tangan tahan api; dan
- y) sarung tangan dari polipropilen atau plastik untuk penanganan filter pada bagian penyaringan.

Berikut adalah rangkaian peralatan pengambilan contoh uji logam; dimana jumlah *impinger* bergantung kepada target logam yang akan diukur:



Keterangan:

- | | |
|---|---|
| A = Glass probe tip (nozzle). | K = Impinger berisi silika gel. |
| B = Glass probe liner. | L = Sensor temperatur. |
| C = Sensor temperatur. | M = Bak isi es batu |
| D = Glass filter holder. | N = Jalur vakum (<i>umbilical cord</i>) |
| E = Kotak pemanas. | O = Vacuum Gauge |
| F = Tabung pitot dan manometer. | P = kran utama pompa vakum |
| G = Impinger Kosong (bisa ada/tidak). | Q = kran <i>by-pass</i> |
| H = Impinger berisi larutan HNO ₃ 5% - H ₂ O ₂ 10%. | R = Pompa vakum |
| I = Impinger kosong. | S = Dry gas meter |
| J = Impinger berisi larutan KMnO ₄ 4% - H ₂ SO ₄ 10% | T = Orifice |
| | U = Sensor temperatur outlet |
| | V = Sensor temperatur inlet |

Gambar 1 - Contoh rangkaian peralatan pengambilan contoh uji dari emisi sumber tidak bergerak

4.4.2 Peralatan pengujian

- labu ukur 100,0 mL, 250,0 mL, 500,0 mL dan 1000,0 mL untuk persiapan pengenceran larutan baku dan contoh uji;
- gelas ukur untuk persiapan *reagen*;
- Parr Bombs* atau *Microwave Pressure Relief Vessels (Microwave Digestion)* untuk destruksi contoh uji;
- gelas piala 250 mL dengan penutup kaca arloji untuk destruksi contoh uji;
- penyangga untuk keperluan penyaringan;
- corong;
- Pasteur Pipets* dan *Bulbs*;
- pipet volumetrik;
- timbangan analitik dengan ketelitian mencapai 0,1 mg;
- microwave* atau oven biasa untuk memanaskan contoh uji pada suhu tertentu;
- hot plate*;
- Atomic Absorption Spectrometer (AAS)* yang dilengkapi *background correction*;
- graphite furnace attachment* dengan lampu *hollow cathode* Sb, As, Cd, Co, Pb, Se, dan Ti;
- cold vapor mercury attachment* dengan lampunya;
- inductively coupled argon plasma spectrometer*; dan
- inductively coupled plasma-mass spectrometer*.

4.5 Pengambilan dan pengumpulan contoh uji

4.5.1 Persiapan pengambilan contoh uji

- Cuci semua peralatan gelas pada rangkaian peralatan dengan menggunakan air panas lalu air sabun hangat.
- Cuci peralatan gelas menggunakan air keran sebanyak tiga kali lalu rendam dalam larutan HNO_3 10 % minimum 4 jam.
- Cuci tiga kali menggunakan air suling.
- Cuci menggunakan aseton kemudian keringkan.
- Tutup semua bukaan peralatan gelas supaya tidak terjadi kontaminasi.

4.5.2 Pelaksanaan pengambilan contoh uji

- rangkai peralatan seperti terlihat pada Gambar No. 1;
- ikuti semua prosedur pengambilan contoh uji seperti pada SNI 7117.17:2009, subpasal 4.3 Pengambilan contoh uji, butir 4.3.1 sampai 4.3.5; kecuali tempatkan 100 mL larutan 5 % HNO_3 - 10 % H_2O_2 pada *impinger* ke dua dan ketiga dan tempatkan 100 mL larutan penjerap KMnO_4 yang bersifat asam pada *impinger* ke lima dan keenam; serta 200 g - 300 g silika gel ke *impinger* ketujuh.

CATATAN 1 Bila tidak dilakukan pengambilan contoh uji Hg, *impinger* keempat, kelima dan keenam tidak diperlukan.

CATATAN 2 Gunakan *impinger Greenburg Smith* untuk *impinger* ketiga (*impinger* kedua dari penjerap HNO_3 5 % - H_2O_2 10 %).

CATATAN 3 Penggunaan *impinger* pertama (kosong) bisa tidak dilakukan, tergantung pada kondisi sumber emisi, yaitu bila air yang terkumpul dalam *impinger* kurang dari 100 mL.

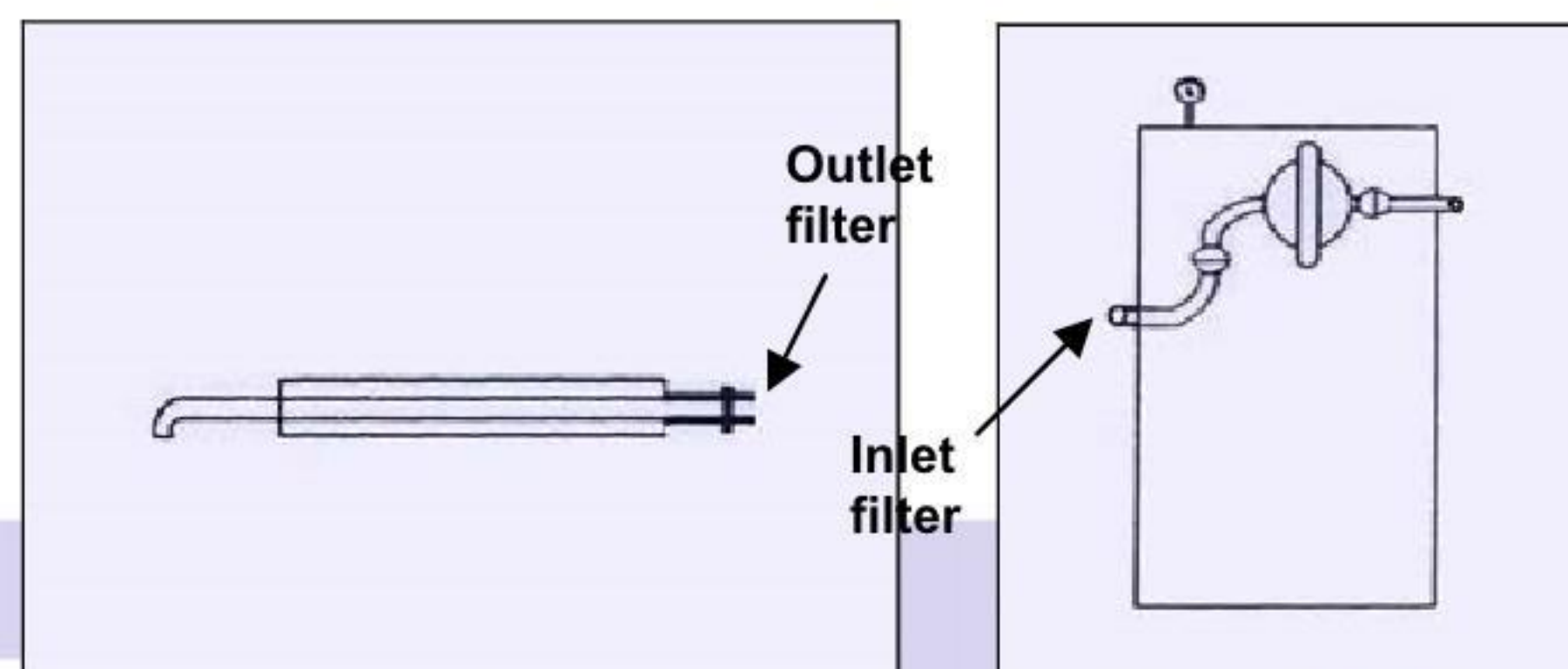
CATATAN 4 Apabila pengambilan contoh uji hanya berupa fasa uap logam tertentu maka dapat mengacu pada standar lainnya.

4.5.3 Persiapan pengumpulan contoh uji

- a) Lakukan prosedur perolehan kembali segera setelah periode pengambilan contoh uji terakhir selesai dilakukan. *Probe* dipindahkan dari cerobong lalu didinginkan. Setelah agak dingin, buang bahan-bahan partikulat di bagian luar dekat ujung *nozzle probe*. Tutup ujung *nozzle* untuk mencegah bertambah atau berkurangnya bahan partikulat menggunakan tutup yang sudah tercuci dan tidak terkontaminasi.

CATATAN Jangan menutup ujung *nozzle* dengan ketat selama pendinginan *sampling train* karena terjadi kondisi *vacuum* yang dapat menyebabkan penyedotan cairan dari *impinger* menuju ke *filter holder* dan ke filternya sendiri.

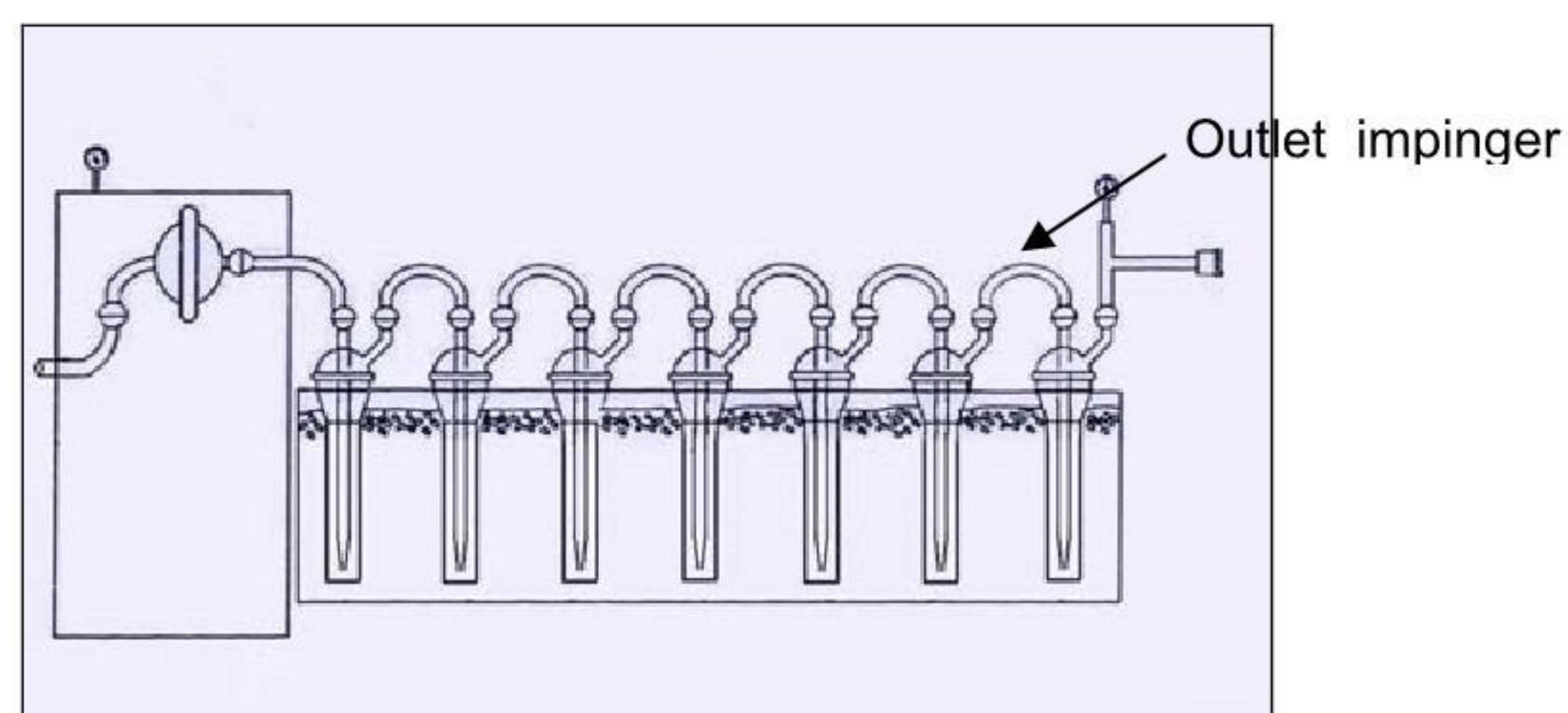
- b) Sebelum memindahkan rangkaian alat menuju ke tempat yang bersih, lakukan tahap-tahap berikut:
- 1) Lepaskan *probe* dari rangkaiannya. Tutup bagian keluaran (*outlet*) *probe* dan tutup sambungan masukan (*inlet*) filter seperti pada Gambar No. 2 berikut ini:



Gambar 2 - Outlet probe dan inlet filter

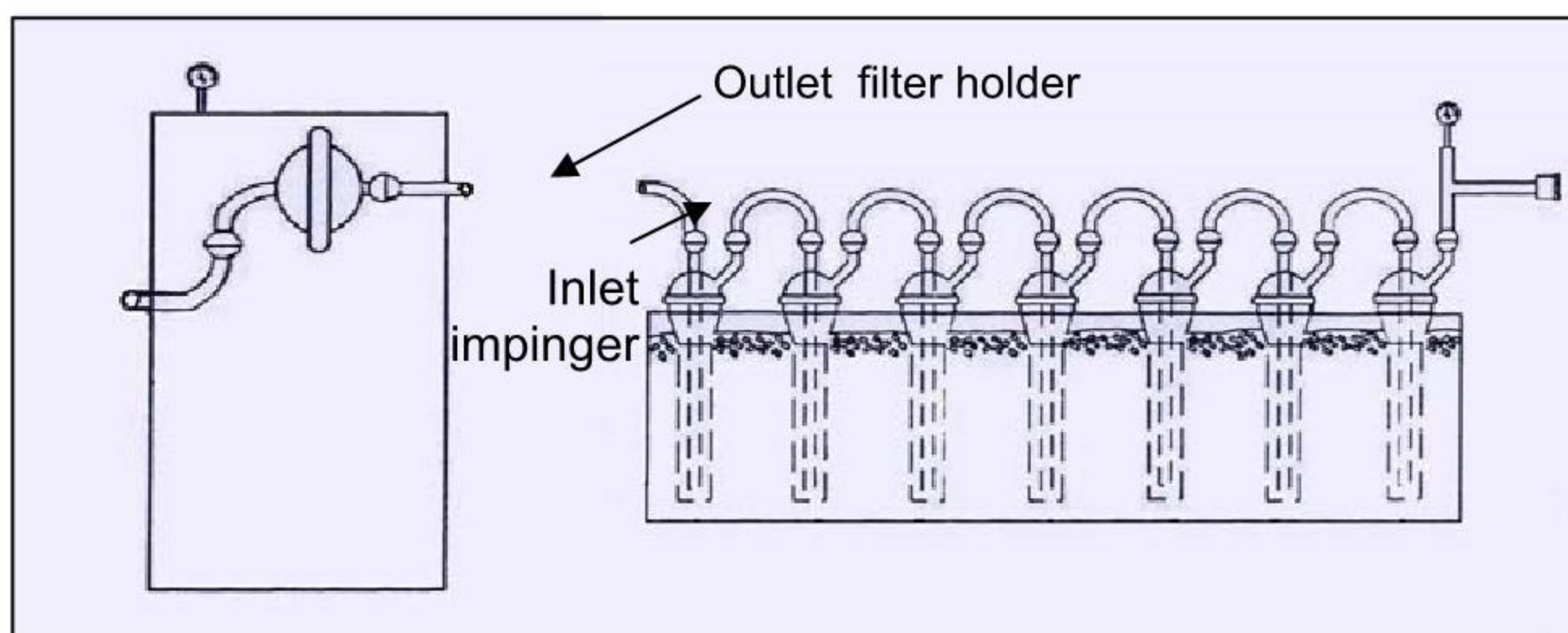
Hati-hati jaga jangan sampai kehilangan kondensat yang mungkin ada di dalam probe.

- 2) Lepaskan *umbilical cord* dari *impinger* terakhir dan tutup keluaran (*outlet*) *impinger*. Lihat Gambar No. 3 berikut ini:



Gambar 3 - Outlet impinger

- 3) Lepaskan rangkaian antara filter dan *impinger*. Tutup keluaran (*outlet*) *filter holder* dan masukan (*inlet*) *impinger*. Lihat Gambar No. 4 berikut ini:



Gambar 4 - Outlet filter holder dan inlet impinger

CATATAN Gunakan tutup yang tidak mengkontaminasi misalnya tutup dari bahan plastik, gelas atau *teflon tape* untuk menutupi semua bukaan (baik *inlet* maupun *outlet*).

- c) Berikut adalah langkah alternatif untuk melepaskan rangkaian alat, sebelum *probe* dan *filter holder* atau oven benar-benar dingin.
- 1) Pertama, lepaskan *outlet filter holder* atau *inlet impinger*, tutup bagian yang terbuka (baik *inlet* maupun *outlet*).
 - 2) Kemudian lepaskan *probe* dari *filter holder* dan tutup bagian yang terbuka (baik *inlet* maupun *outlet*). Tutup ujung *probe* dan lepaskan *umbilical cord*.
- d) Pindahkan *probe* dan filter serta *impinger* ke ruangan yang bersih, bebas dari angin dan faktor lain yang menyebabkan terjadinya kontaminasi atau kehilangan contoh uji.

CATATAN 1 Hati hati jangan sampai kehilangan kondesat yang mungkin ada di dalam *probe*.

CATATAN 2 Gunakan tutup yang tidak terkontaminasi misalkan dari plastik, gelas atau *tape Teflon* untuk menutupi semua bukaan.

4.5.4 Pengumpulan contoh uji

Secara umum pengumpulan contoh uji dapat di lihat pada Lampiran C Diagram alir persiapan dan pelaksanaan pengujian penampung no. 1, 2, 3 dan 4 dan Lampiran D Diagram alir persiapan dan pelaksanaan pengujian penampung no. 5A, 5B, dan 5C. Berikut adalah tahap-tahap pelaksanaannya:

4.5.4.1 Penampung no. 1 (*filter*)

Pindahkan filter dari *filter holder* dengan hati hati dan tempatkan dalm *petri dish* yang telah di beri label. Untuk memindahkan filter, gunakan penjepit (*tweezer*) yang dilapisi teflon atau polipropilen, yang telah dicuci menggunakan larutan asam serta gunakan sarung tangan bersih dan kering. Filter dilipat dan pastikan permukaan yang berisi *cake* partikulat berada di bagian dalam lipatan. Pindahkan secara hati-hati filter dan partikulat atau serat-serat filter ke *petri dish* menggunakan sikat nilon yang bersih dan kering.

CATATAN Jangan menggunakan bahan-bahan yang mengandung logam ketika melakukan pengumpulan.

4.5.4.2 Penampung no. 2 (*acetone rinse*)

- a) Lakukan pengumpulan partikulat dan kondensat dari *nozzle probe*, sambungan probe, saluran probe dan bagian depan *filter holder* dengan mencuci komponen tersebut menggunakan aseton 100 mL, sambil dipastikan tidak terdapat debu pada bagian luar probe atau permukaan lain masuk ke dalam contoh uji. Penggunaan aseton 100 mL dimaksudkan sebagai acuan untuk larutan blanko (sebagai koreksi).
- b) Lepaskan *nozzle probe* secara hati hati dan bersihkan permukaan bagian dalam dengan mencucinya menggunakan aseton dari botol pencuci disamping itu juga dilakukan penyikatan menggunakan sikat non logam. Penyikatan terus dilakukan sampai bilasan aseton kelihatan bersih tidak nampak adanya partikel, kemudian bilas permukaan bagian dalam sekali lagi menggunakan aseton.
- c) Sikat dan cuci *fitting probe* menggunakan aseton sampai tidak ada partikel yang tertinggal. Cuci saluran probe menggunakan aseton dengan cara memiringkan dengan memutar probe sambil menyemprotkan aseton ke bagian ujung atas probe sehingga seluruh bagian permukaan dalam probe terbasahi aseton. Biarkan aseton mengalir dari ujung bawah probe ke penampung. Bisa juga digunakan corong untuk membantu memindahkan cairan pencuci ke penampung. Ikuti dengan menyikat menggunakan sikat bebas kontaminan. Jaga probe dalam posisi miring, semprotkan aseton dari ujung atas probe ketika sikat didorong dan diputar tiga kali ke seluruh bagian probe. Jaga penampung tetap di bawah ujung bawah probe, menampung semua aseton termasuk bahan partikulat sehingga secara visual tidak terlihat lagi ada partikulat yang tertinggal di dalam saluran probe. Cuci sikat menggunakan aseton dan masukkan cucian ini ke dalam penampung. Setelah dilakukan penyikatan, lakukan pencucian terakhir menggunakan aseton seperti diterangkan di atas.
- d) Disarankan 2 orang melakukan pencucian probe untuk menghindari kehilangan contoh uji. Jaga agar sikat dalam kondisi bersih dan terjaga dari kontaminasi di antara satu pengambilan contoh dengan pengambilan contoh lainnya. Bersihkan bagian dalam dari *front half filter holder* dengan cara menyikat permukaannya dan mencucinya dengan menggunakan aseton. Cuci tiap permukaan sebanyak tiga kali atau lebih jika diperlukan untuk menghilangkan partikulat yang masih terlihat. Terakhir, cuci sikat dan filter holder menggunakan aseton. Setelah semua cucian menggunakan aseton dan partikulat telah terkumpul dalam penampungan, kencangkan tutup penampung sehingga aseton tidak akan bocor ketika penampungan dikirim ke laboratorium. Tandai ketinggian cairan untuk memastikan adanya kebocoran atau tidak selama perjalanan dan beri label.

4.5.4.3 Penampung no. 3 (*probe rinse*)

Jaga probe dalam keadaan bersih dan bebas dari kontaminasi selama pencucian probe. Cuci *nozzle probe* dan *fitting*, saluran probe dan *front-half filter holder* secara menyeluruh menggunakan 100 mL HNO₃ 0,1 N dan tampung bilasan tersebut dalam penampung. Catat volume bilasan tersebut, kemudian tandai ketinggian cairan pada bagian luar penampung untuk memastikan adanya kebocoran atau tidak selama dalam perjalanan dan beri label. Akhirnya, cuci *nozzle*, saluran probe dan *front-half filter holder* menggunakan air diikuti dengan aseton, buang bilasan tersebut.

CATATAN Penggunaan larutan HNO₃ 0,1 N tersebut di atas dimaksudkan sebagai blanko (sebagai koreksi).

4.5.4.4 Penampung no. 4 (*impinger* no. 1 dan *impinger* no.2-3 berisi $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$ serta bilasannya)

Ukur cairan dalam *impinger* No. 1 – No. 3 menggunakan gelas ukur (yang memiliki ketelitian 0,5 mL) dan catat. Informasi ini digunakan untuk menghitung kandungan air dari gas buang secara volumetri. Masukkan cairan tersebut ke dalam penampung no.4. Bersihkan masing masing *impinger*, penopang filter, *back-half filter housing* dan gelas sambungan secara menyeluruh menggunakan larutan HNO_3 0,1 N sebanyak 100 mL sesuai prosedur yang telah diterangkan di atas. Gabungkan bilasan dan cairan isi dalam *impinger*, ukur volumenya dan catat. Tandai ketinggian cairan dan berikan label.

CATATAN 1 Dimungkinkan digunakan penampung lebih dari satu karena banyaknya cairan yang harus ditampung.

CATATAN 2 Penggunaan larutan HNO_3 0,1 N sebanyak 100 mL untuk pencucian tersebut dimaksudkan sebagai acuan untuk larutan blanko (sebagai koreksi).

CATATAN 3 Penimbangan langsung terhadap *impinger* no. 1 – no. 3 di lapangan (sebelum dan sesudah pengambilan contoh uji) dapat dilakukan sebagai alternatif perhitungan kadar air secara gravimetri.

4.5.4.5 Penampung no. 5A (*Impinger* 4 berisi HNO_3 0,1 N), penampung No. 5B (*Impinger* 5 dan 6 berisi larutan $\text{KMnO}_4\text{-H}_2\text{SO}_4$) dan 5C (bilasan HCl 8N yang telah diencerkan)

- Jika dilakukan pengambilan contoh uji terhadap Hg, tuangkan seluruh cairan dari *impinger* (biasanya *impinger* no. 4) yaitu sebelum dua *impinger* yang berisi larutan permanganat, ke dalam gelas ukur dan catat volumenya (ketelitian 0,5 mL). Informasi ini digunakan untuk menghitung kandungan air dari gas buang secara volumetri. Tempatkan cairan tersebut ke dalam penampung No. 5A. Bilas *impinger* menggunakan larutan HNO_3 0,1 N sebanyak 100 mL dan tempatkan bilasan ini ke dalam penampung No. 5A.
- Tuang seluruh cairan dari dua *impinger* yang berisi permanganat ke dalam gelas ukur, kemudian catat volumenya (ketelitian 0,5 mL). Informasi ini digunakan untuk menghitung kandungan air dari gas buang secara volumetri. Tempatkan larutan KMnO_4 yang bersifat asam ini ke dalam Penampung No. 5B, cuci kedua *impinger* dan sambungan gelas tersebut sebanyak tiga kali masing-masing menggunakan 33 mL KMnO_4 yang bersifat asam untuk setiap kali mencuci. Jadi total larutan pencuci yang di gunakan sebanyak 100 mL. Tuang bilasan tersebut ke dalam penampung No. 5B, sambil pastikan tidak ada lagi bahan yang menempel pada kedua *impinger* tersebut. Gunakan air pencuci sebanyak 100 mL, cuci kedua *impinger* tersebut 3 kali dan sambungan gelas minimal tiga kali (prosedur sama seperti sebelumnya), dan tuang air bilasan tersebut ke dalam penampung No. 5B, tandai ketinggian cairan dan beri label.

CATATAN 1 Kemungkinan terjadi reaksi antara KMnO_4 dengan asam, sehingga terjadi peningkatan tekanan di dalam botol penyimpanan contoh uji. Jangan isi penuh botol tersebut dan jaga supaya tidak terjadi peningkatan tekanan yang berlebihan, yaitu dengan memberikan lubang pada tutup penampung lalu gunakan teflon *liner*.

CATATAN 2 Penimbangan langsung terhadap *impinger* No. 4 – No. 6 di lapangan (sebelum dan sesudah pengambilan contoh uji) dapat dilakukan sebagai alternatif perhitungan kadar air secara gravimetri.

- c) Jika tidak ada lagi deposit yang masih tersisa, tidak perlu lagi pencucian. Namun jika masih tersisa deposit dalam permukaan *impinger*, cuci menggunakan larutan HCl 8 N sebanyak 25 mL dan tempatkan dalam penampung contoh uji terpisah yang ditandai dengan penampung No. 5C yang telah berisi 200 mL air. Caranya, pertama masukkan air ke dalam penampung sebanyak 200 mL, kemudian cuci dinding *impinger* menggunakan larutan HCl 8 N sambil *impinger* diputar sehingga larutan HCl membasahi seluruh permukaan bagian dalam *impinger*. Gunakan larutan HCl 8 N sebanyak 25 mL untuk mencuci kedua *impinger*. Cuci *impinger* pertama lalu tuang larutan pencuci tersebut ke dalam *impinger* berikutnya untuk mencuci *impinger* kedua. Terakhir, tuang bilasan larutan HCl tersebut ke dalam penampung. Tandai ketinggian cairan untuk memastikan terjadi kebocoran atau tidak.

4.5.4.6 Penampung no. 6 (*silika gel*)

Pindahkan *silika gel* dari *impinger* No. 7 ke dalam penampung dan tutup. Sejumlah kecil *silika gel* yang masih tersisa di dalam *impinger* tidak perlu dibersihkan. Jangan menggunakan air atau cairan yang lain untuk memindahkan *silika gel* karena penambahan berat dalam *silika gel* digunakan untuk menghitung penambahan air. Sebagai langkah alternatif, segera timbang penambahan berat *silika gel* menggunakan alat timbang (jika tersedia di lapangan) dengan ketelitian 0,5 g.

4.5.4.7 Penampung no. 7 (blanko aseton)

Masukkan aseton (seperti yang digunakan untuk proses pengumpulan contoh uji) sebanyak 100 mL ke dalam penampung No. 7, beri label lalu tutup. Blanko aseton ini disediakan paling tidak sekali dalam setiap pengambilan contoh uji.

4.5.4.8 Penampung no. 8A (blanko larutan HNO₃ 0,1 N)

Masukkan larutan HNO₃ 0,1 N (seperti yang digunakan untuk proses pengumpulan contoh uji) sebanyak 300 mL ke dalam penampung No. 8A, beri label dan tutup. Blanko larutan HNO₃ 0,1 N ini paling tidak disediakan sekali dalam setiap pengambilan contoh uji.

4.5.4.9 Penampung no. 8B (blanko air)

Masukkan air (seperti yang digunakan untuk proses pengumpulan contoh uji) sebanyak 100 mL ke dalam penampung No. 8B, beri label dan tutup. Blanko air ini paling tidak disediakan sekali dalam setiap pengambilan contoh uji.

4.5.4.10 Penampung no. 9 (blanko HNO₃ 5% H₂O₂ 10%)

Masukkan larutan HNO₃ 5% - H₂O₂ 10 % (seperti yang digunakan untuk reagen *impinger* HNO₃) sebanyak 200 mL ke dalam penampung no. 9, beri label dan tutup. Blanko HNO₃ 5 % - H₂O₂ 10 % ini paling tidak disediakan sekali setiap pengambilan contoh uji.

4.5.4.11 Penampung no. 10 (blanko KMnO₄ asam)

Masukkan larutan KMnO₄ asam (seperti yang digunakan untuk reagen *impinger* dan untuk proses pengumpulan contoh uji) sebanyak 100 mL ke dalam penampung no. 10. Beri label.

4.5.4.12 Penampung no. 11 (blanko HCl 8 N)

Masukkan 200 mL air ke dalam penampung no. 11, kemudian tambahkan secara hati hati larutan HCl 8 N sebanyak 25 mL sambil dilakukan pengadukan, lalu beri label. Blanko HCl 8 N ini paling tidak disediakan sekali setiap pengambilan contoh uji.

4.5.4.13 Penampung no. 12 (blanko filter contoh uji)

Lakukan paling tidak sekali dalam setiap kali pengambilan contoh uji. Tempatkan sebanyak tiga buah blanko filter (di ambil dari lokasi yang sama dengan filter yang di digunakan untuk pengambilan contoh uji) ke dalam *Petri dish* yang telah diberi label.

4.6 Pengujian

4.6.1 Persiapan pengujian

Gambar pada Lampiran C dan Lampiran D menggambarkan tahap persiapan pengujian dan pelaksanaan pengujian. Adapun tahap-tahap tersebut adalah sebagai berikut:

4.6.1.1 Penampung no. 1 (Filter)

- Apabila kadar partikulat akan ditentukan, maka perlu dilakukan pengkondisian filter. Lakukan pengeringan dalam desikator, kemudian dilakukan penimbangan sampai berat konstan.
- Bagi filter ke dalam porsi sedemikian rupa dimana masih mengandung 0,5 g partikulat. Tambahkan 6 mL HNO₃ pekat dan 4 mL HF pekat. Lakukan destruksi sesuai pilihan, apakah dengan cara konvensional, atau menggunakan *microwave* dengan tabung bertekanan atau *Parr Bombs*.
- Untuk pemanasan dengan *microwave*, lakukan pemanasan selama total waktu 12 menit - 15 menit. Adapun urutan pemanasan adalah sebagai berikut: panaskan 2 menit - 3 menit, matikan 2 menit - 3 menit, kemudian panaskan kembali 2 menit - 3 menit, dan seterusnya. Teruskan pengulangan seperti ini sampai total waktu 12 menit - 15 menit. Prosedur seperti ini kira-kira menghabiskan waktu 14 menit - 30 menit pada panas 600 watt.
- Untuk cara konvensional, lakukan pemanasan pada suhu 140 °C selama 6 jam.
- Dinginkan contoh uji pada temperatur ruang dan gabungkan dengan contoh uji Penampung No. 3 yang telah didestruksi yang berasal dari cucian probe (*Probe rinse*).

4.6.1.2 Penampung no. 2 (*acetone rinse*)

- Catat cairan dalam botol pada formulir analisa. Apabila jumlah kehilangan cairan cukup berarti, maka harus ada kebijakan untuk mengkoreksi jumlah yang hilang dan dalam jumlah yang masih diperbolehkan. Perhitungkan jumlah cairan sampai 1 mL terdekat secara volumetri dan 0,5 g terdekat secara gravimetri.
- Pindahkan contoh uji ke dalam gelas piala 250 mL yang telah dibersihkan dengan asam. Lakukan penguapan mendekati kering pada tekanan dan temperatur ambien.
- Jika kadar partikulat akan ditentukan, maka lakukan pengkondisian filter pada desikator selama 24 jam tanpa pemanasan. Lalu timbang berat konstan sampai pada ketelitian 0,1 mg.
- Larutkan residu pada filter menggunakan 10 ml HNO₃ pekat. Gabungkan dengan hasil destruksi dari Penampung No.3.

4.6.1.3 Penampung no. 3 (*probe rinse*)

- Lakukan pengukuran pH. Apabila pH contoh uji tidak lebih rendah dari 2, maka asamkan contoh uji dengan menambahkan HNO₃ pekat secara hati-hati dan sambil diaduk. Pindahkan contoh uji ke dalam gelas piala sambil membilas botol Penampung menggunakan air suling. Tutup gelas piala dengan kaca arloji.
- Lakukan pemanasan menggunakan hot plate pada temperatur mendekati titik didih sampai volume sekitar 20 mL. Tambahkan 6 mL HNO₃ pekat dan 4 mL HF pekat. Lakukan destruksi.
- Untuk pemanasan dengan *microwave*, lakukan pemanasan selama total waktu 12 menit - 15 menit. Adapun urutan pemanasan adalah sebagai berikut: panaskan 2 menit - 3 menit, matikan 2 menit - 3 menit, kemudian panaskan kembali 2 menit - 3 menit, dan

seterusnya. Teruskan pengulangan seperti ini sampai total waktu 12 menit - 15 menit. Prosedur seperti ini kira-kira menghabiskan waktu 14 menit - 30 menit pada panas 600 watt.

- d) Untuk cara konvensional, lakukan pemanasan pada suhu 140 °C selama 6 jam.
- e) Dinginkan contoh uji pada temperatur ruang dan gabungkan dengan contoh uji hasil destruksi Penampung No.1 dan 2. Hasil Gabungan dari ketiga Penampung ini diberi nama **Fraksi Contoh Uji 1**.
- f) Lakukan penyaringan contoh uji **Fraksi Contoh Uji 1** menggunakan *Whatman* 541 atau yang setara. Lakukan pengenceran dengan air suling sampai volume 250 mL (atau sesuai dengan perkiraan volume dimana logam target masih dapat terdeteksi). Hasil penyaringan dan pengenceran contoh uji ini diberi nama **Fraksi Analisis 1** (catat sebagai $V_{\text{soln},1}$). Catat volume fraksi ini sampai ketelitian 0,1 mL.
- g) Pipet 50 mL larutan **Fraksi Analisis 1** dan beri label nama **Fraksi Analisis 1B**. Beri nama **Fraksi Analisis 1A** untuk sisa larutan 200 mL. **Fraksi Analisis 1B** digunakan dalam penentuan logam Hg menggunakan CVAAS. Fraksi analisis 1A digunakan untuk analisis langsung ke AAS atau ICAP untuk seluruh target logam kecuali Hg.

CATATAN Fraksi Analisis 1A dan Fraksi Analisis 1B masing-masing digunakan dalam penentuan kadar logam non-Hg dan Hg bagian *front-half* (setengah depan).

4.6.1.4 Penampung no. 4 (*impinger* no. 1-3)

- a) Ukur dan catat volume total dari contoh uji Penampung No. 4 menggunakan gelas ukur sampai ketelitian 0,5 mL dan beri nama **Fraksi Contoh Uji 2** (catat sebagai $V_{\text{soln},2}$). Ambil 50 mL **Fraksi Contoh Uji 2** untuk analisis Hg, dan beri nama **Fraksi Analisis 2B**. Beri nama **Fraksi contoh uji 2A** untuk sisa larutan **Fraksi Contoh Uji 2**.
- b) Ukur pH **Fraksi Contoh Uji 2A**. Apabila pH kurang dari 2 tambahkan HNO_3 pekat sambil diaduk. Pindahkan ke dalam gelas piala sambil dibilas dengan air suling. Tutup dengan kaca arloji. Panaskan di atas *hot plate* sampai volume berkurang menjadi sekitar 20 mL pada suhu dekat titik didih larutan.

Untuk destruksi konvensional:

- 1) Tambahkan 30 mL larutan HNO_3 50 % ke Fraksi Contoh Uji 2A. Panaskan di atas *hot plate* pada suhu dekat titik didih larutan selama 30 menit. Tambahkan 10 mL larutan H_2O_2 3 % dan lanjutkan pemanasan selama 10 menit. Tambahkan 50 mL air panas dan lanjutkan pemanasan selama 20 menit.
- 2) Dinginkan contoh uji dan lakukan penyaringan dan encerkan sampai volume akhir 100 mL dengan ketelitian 0,1 mL (atau volume yang sesuai dengan konsentrasi logam target). Larutan ini diberi nama **Fraksi Analisis 2A** (catat sebagai V_a).

Untuk destruksi dengan *microwave*:

- 1) Pindahkan sekitar 20 mL larutan contoh uji ke dalam tabung *microwave*. Tambahkan 10 mL larutan HNO_3 50 %. Lakukan destruksi dengan siklus 2 menit pemanasan sampai 600 watt dan 2 menit pendinginan secara bergantian hingga 3 kali pengulangan.
- 2) Dinginkan contoh uji. Pindahkan contoh uji ke dalam gelas piala dan tambahkan 10 mL larutan H_2O_2 3 %. Panaskan di atas *hot plate* selama 2 menit. Tambahkan 50 mL air panas dan lanjutkan pemanasan selama 5 menit.
- 3) Dinginkan contoh uji dan lakukan penyaringan dan encerkan sampai volume akhir 100 mL dengan ketelitian 0,1 mL (atau volume yang sesuai dengan kada logam target). Beri nama larutan ini **Fraksi Analisis 2A** (catat sebagai V_a).

CATATAN Waktu pemanasan dengan *microwave* tidak harus tepat seperti tahap di atas, akan tetapi disesuaikan juga dengan jumlah contoh uji dalam satu putaran.

4.6.1.5 Penampung no. 5A (*impinger* 4), Penampung no. 5B (*impinger* 5) dan 5C (*impinger* 6)

Lihat diagram alir preparasi penampung no. 5A, 5B dan 5C pada Gambar D1 Lampiran D. Adapun tahap-tahap preparasi secara terperinci adalah sebagai berikut:

- Pisahkan masing-masing Penampung 5A, 5B dan 5C.
- Ukur dan catat volume Penampung 5A sampai ketelitian 0,5 mL. Beri nama larutan ini **Fraksi Analisis 3A** (catat sebagai $V_{\text{soln},3A}$).
- Saring contoh uji dalam Penampung no. 5B menggunakan *Whatman* 40 atau yang setara ke dalam labu ukur 500 mL sehingga endapan coklat MnO_2 terpisah. Encerkan dengan air suling sampai tanda batas. Beri nama larutan ini **Fraksi Contoh Uji 3B** (catat sebagai $V_{\text{soln},3B}$).

CATATAN Lakukan analisis logam Hg terhadap Fraksi Analisis 3B dalam rentang waktu 48 jam setelah tahap penyaringan.

- Pindahkan filter ke dalam gelas piala dan tambahkan 25 mL larutan HCl 8 N. Biarkan destruksi selama paling tidak 24 jam pada suhu ruang dalam ruang asam dengan blower menyala. Simpan filter ini untuk pengumpulan contoh uji dari endapan coklat MnO_2 .
- Saring contoh uji dalam Penampung No. 5C menggunakan *Whatman* 40 atau yang setara ke dalam labu ukur 500 mL. Lanjutkan dengan penyaringan hasil destruksi filter Penampung 5B menggunakan *Whatman* 40 atau yang setara ke dalam labu ukur yang sama. Encerkan dengan air suling sampai tanda batas. Homogenkan. Beri nama larutan ini **Fraksi Analisis 3C** (catat sebagai $V_{\text{soln},3C}$).

CATATAN Seluruh analisis logam Hg (Fraksi Analisis 1B, 2B, 3A, 3B dan 3C) dilanjutkan kepada tahap destruksi sesuai SNI 19-6964.2-2003.

4.6.1.6 Penampung no. 6 (*Silika Gel*)

Timbang berat silika gel (berat silika gel plus *impinger*) menggunakan timbangan dengan ketelitian sampai 0,5 g.

4.6.2 Pelaksanaan pengujian dengan alat

Untuk masing-masing pelaksanaan pengukuran dihasilkan 7 (tujuh) fraksi contoh uji untuk dianalisis secara terpisah. Dua contoh uji untuk analisis logam non Hg yaitu Fraksi Analisis 1A dan 2A, sedangkan 5 (lima) contoh uji lainnya untuk analisis logam Hg yaitu Fraksi Analisis 1B, 2B, 3A, 3B dan 3C. Contoh uji logam Hg dianalisis menggunakan CVAAS atau *mercury Analyzer* sedangkan contoh uji logam Non-Hg dianalisis menggunakan beberapa pilihan AAS, GFAAS atau ICAP sesuai dengan kadar contoh uji yang dianalisis dan peralatan yang dimiliki. Adapun metoda analisis untuk masing-masing logam merujuk kepada SNI atau metoda standar (lihat Lampiran F).

5 Perhitungan

5.1 Perhitungan volume gas buang yang dihisap

Hitung *volume dry gas* meter mengacu kepada SNI 7117.17:2009, bagian 5 Perhitungan. Koreksi volume gas buang yang terukur ke kondisi standar (25°C, 760 mmHg) dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$V_{m(\text{std})} = V_m \cdot Y \left(\frac{T_{\text{std}}}{T_m} \right) \left[\frac{P_{\text{bar}} + \frac{\Delta H}{13.6}}{P_{\text{std}}} \right] \quad (1)$$

Keterangan:

$V_{m(std)}$ adalah volume gas kering yang terukur pada meter gas yang dikoreksi ke kondisi standar, m^3 .
 V_m adalah volume gas kering yang terukur pada meter gas (m^3);
 Y adalah faktor kalibrasi meter gas;
 T_m adalah temperatur pada dry gas meter (K);
 T_{std} adalah temperatur standar (298°K);
 P_{bar} adalah tekanan barometrik di lokasi pengambilan contoh uji (mm Hg);
 P_{std} adalah tekanan absolut standar (760 mm Hg);
 ΔH adalah rata-rata tekanan *orifice* selama pengambilan contoh uji (mm H₂O).

5.2 Perhitungan massa logam non-Hg**5.2.1 Perhitungan massa logam non-Hg bagian setengah depan (*front half*)**

$$M_{fh} = C_{a1} \times F_d \times V_{soln,1} \quad (2)$$

Keterangan:

M_{fh} adalah massa total contoh uji yang berada dalam sampling *front half* (*fh*) (μg);
 C_{a1} adalah kadar logam dalam Fraksi Analisis 1A yang terbaca dari alat ($\mu g/mL$);
 F_d adalah faktor pengenceran (apabila contoh uji diencerkan saat dianalisis);
 $V_{soln,1}$ adalah volume total Fraksi Analisis 1 (mL).

5.2.2 Perhitungan massa logam non-Hg bagian setengah belakang (*back half*)

$$M_{bh} = C_{a2} \times F_a \times V_a \quad (3)$$

Keterangan:

M_{bh} adalah massa total contoh uji yang berada dalam sampling *back half* (*bh*) (μg);
 C_{a2} adalah konsentrasi logam dalam Fraksi Analisis 2A yang terbaca dari alat ($\mu g/mL$);
 F_a adalah faktor *aliquot*, volume Fraksi Contoh Uji 2 dibagi volume fraksi Contoh Uji 2A;
 V_a adalah volume total Fraksi Analisis 2A (mL).

5.2.3 Perhitungan total massa contoh uji logam non-Hg

$$M_t = (M_{fh} - M_{fhb}) + (M_{bh} - M_{bhb}) \quad (4)$$

Keterangan:

M_t adalah jumlah total massa contoh uji yang terdapat dalam *sampling train* (μg);
 M_{fh} adalah massa total contoh uji yang berada dalam sampling *front half* (*fh*) (μg);
 M_{fhb} adalah jumlah massa blanko dalam sampling *front half* (*fh*) (μg);
 M_{bh} adalah massa total contoh uji yang berada dalam sampling *back half* (*bh*) (μg);
 M_{bhb} adalah jumlah massa blanko dalam sampling *back half* (*bh*) (μg).

5.3 Perhitungan massa logam Hg**5.3.1 Perhitungan massa logam Hg bagian setengah depan (*front half*)**

terdiri dari Fraksi Analisis 1B dengan perhitungan massa Hg sebagai berikut:

$$Hg_{fh} = \frac{Q_{fh}}{V_{f1B}} \times V_{soln,1} \quad (5)$$

Keterangan:

Hg_{fh}	adalah massa total contoh uji yang berada dalam <i>sampling train front half</i> (μg);
Q_{fh}	adalah total jumlah Hg dalam Fraksi Analisis 1B yang di- <i>digest</i> dan analisis (μg);
V_{f1B}	adalah volume Fraksi Analisis 1B yang dianalisis (mL);
$V_{soln,1}$	adalah volume total Fraksi Analisis 1 (mL).

5.3.2 Perhitungan massa logam Hg bagian setengah belakang (*back half*)

Terdiri dari Fraksi Analisis 2B, 3A, 3B dan 3C dengan perhitungan massa Hg sebagai berikut:

$$Hg_{bh} = (Hg_{bh2} + Hg_{bh3A} + Hg_{bh3B} + Hg_{bh3C}) \quad (6)$$

Keterangan:

Hg_{bh}	adalah jumlah total massa Hg yang terdapat dalam back half dr <i>sampling train</i> (ng);
Hg_{bh2}	adalah jumlah total massa Hg yang terdapat dalam contoh uji Fraksi Analisis 2 (μg);
Hg_{bh3A}	adalah jumlah total massa Hg yang terdapat dalam contoh uji Fraksi Analisis 3A (μg);
Hg_{bh3B}	adalah jumlah total massa Hg yang terdapat dalam contoh uji Fraksi Analisis 3B (μg);
Hg_{bh3C}	adalah jumlah total massa Hg yang terdapat dalam contoh uji Fraksi Analisis 3C (μg).

a) Jumlah total massa Hg yang terdapat dalam contoh uji Fraksi Analisis 2B

$$Hg_{bh2} = \frac{Q_{bh2}}{V_{f2B}} \times V_{soln,2} \quad (7)$$

Keterangan:

Hg_{bh2}	adalah massa total contoh uji yang berada dalam <i>sampling train back half</i> (μg);
Q_{bh2}	adalah total jumlah Hg dalam Fraksi Analisis 2B yang di- <i>digest</i> dan analisis (μg);
V_{f2B}	adalah volume Fraksi Analisis 2B yang dianalisis (mL);
$V_{soln,2}$	adalah volume total Fraksi Contoh Uji 2 (mL).

b) Jumlah total massa Hg yang terdapat dalam contoh uji Fraksi Analisis 3A

$$Hg_{bh3A} = \frac{Q_{bh3A}}{V_{f3A}} \times V_{soln,3A} \quad (8)$$

Keterangan:

Hg_{bh3A}	adalah massa total contoh uji yang berada dalam <i>sampling train back half</i> (μg);
Q_{bh3A}	adalah total jumlah Hg dalam Fraksi Analisis 3A yang di- <i>digest</i> dan analisis (μg);
V_{f3A}	adalah volume Fraksi Analisis 3A yang dianalisis (mL);
$V_{soln,3A}$	adalah volume total Fraksi Analisis 3A (mL).

c) Jumlah total massa Hg yang terdapat dalam contoh uji Fraksi Analisis 3B

$$Hg_{bh3B} = \frac{Q_{bh3B}}{V_{f3B}} \times V_{soln,3B} \quad (9)$$

Keterangan:

Hg_{bh3B}	adalah massa total contoh uji yang berada dalam <i>sampling train back half</i> (μg);
Q_{bh3B}	adalah total jumlah Hg dalam Fraksi Analisis 3B yang di- <i>digest</i> dan analisis (μg); Untuk Q_{bh3B} , konsentrasi Hg dari alat x volume yang dianalisis ke alat (mL);
V_{f3B}	adalah volume Fraksi Analisis 3B yang dianalisis (mL);
$V_{soln,3B}$	adalah volume total Fraksi Analisis 3B (mL).

d) Jumlah total massa Hg yang terdapat dalam contoh uji Fraksi Analisis 3C

$$Hg_{bh3C} = \frac{Q_{bh3C}}{V_{f3C}} \times V_{soln,3C} \quad (10)$$

Keterangan:

- Hg_{bh3C} adalah massa total contoh uji yang berada dalam *sampling train back half* (μg);
 Q_{bh3C} adalah total jumlah Hg dalam Fraksi Analisis 3C yang di-*digest* dan analisis (μg);
 V_{f3C} adalah volume Fraksi Analisis 3C yang dianalisis (mL);
 $V_{soln,3C}$ adalah volume total Fraksi Analisis 3C (mL).

5.3.3 Perhitungan total massa contoh uji logam Hg

$$Hg_t = (Hg_{fh} - Hg_{fhb}) + (Hg_{bh} - Hg_{bhb}) \quad (11)$$

Keterangan:

- Hg_t adalah jumlah total massa contoh uji yang terdapat dalam *sampling train* (μg);
 Hg_{fh} adalah massa total contoh uji yang berada dalam *sampling front half (fh)* (μg);
 Hg_{fhb} adalah jumlah massa blanko dalam *sampling front half (fh)* (μg);
 Hg_{bh} adalah massa total contoh uji yang berada dalam *sampling back half (bh)* (μg);
 Hg_{bhb} adalah jumlah massa blanko dalam *sampling back half (bh)* (μg).

5.4 Perhitungan Konsentrasi Logam dalam Aliran Gas Buang

Kadar masing-masing logam dapat dihitung dengan rumus berikut ini:

$$C_s = \frac{K_4 \times L_t}{V_{m(std)}} \quad (12)$$

Keterangan:

- C_s adalah kadar logam dalam *stack gas* (mg/NM^3);
 K_4 adalah konstanta ($10^{-3} mg/\mu g$);
 L_t adalah jumlah total massa contoh uji yang terdapat dalam *sampling train* (μg);
 $V_{m(std)}$ adalah volume contoh uji gas yang diukur oleh *dry gas meter*, setelah dikoreksi dalam *dry standard conditions*, didapatkan dari *Method 5 USEPA* (NM^3).

6 Pengendalian mutu

6.1 Kalibrasi

- Ukur diameter *nozzel* dengan jangka sorong terkalibrasi.
- Kalibrasi tabung pitot tipe S.
- Kalibrasi termokopel untuk temperatur gas.
- Kalibrasi *dry gas meter* dengan *wet gas meter* untuk mendapatkan nilai Y. Nilai Y yang dapat diperbolehkan adalah $0,97Y < Y_c < 1,03Y$.
- Lakukan uji kebocoran dan maksimum kebocoran tidak diperbolehkan lebih dari 4 persen dari laju alir pengambilan contoh uji atau $0,00057 m^3/min$.
- Pastikan tidak terjadi kebocoran pada sambungan *sampling train* dan gunakan *tape Teflon* atau bahan lain non kontaminasi untuk menjaga masalah terjadinya kontaminasi contoh uji.
- Gunakan alat gelas yang bebas kontaminasi.
- Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.

6.2 Blanko lapangan

Lakukan destruksi dan pengukuran terhadap contoh uji Penampung No. 7 sampai 12. Dimana:

Penampung No. 7	:	Blank Aseton
Penampung No. 8A	:	Blanko HNO_3
Penampung No. 8B	:	Blanko Air Suling
Penampung No. 9	:	Blanko penyerap H_2O_2
Penampung No. 10	:	Blanko penyerap KMnO_4
Penampung No. 11	:	Blanko HCl
Penampung No. 12	:	Blanko filter

Tahapan:

- Lakukan destruksi untuk filter dari Penampung No. 12 sesuai dengan tahapan pada butir 4.6.1.1. Gabungkan hasil destruksi Penampung No. 12 dengan hasil destruksi 100 mL blanko aseton dari Penampung No. 7 (sesuai tahapan butir 4.6.1.2) dan 100 mL blanko HNO_3 dari Penampung No.8A (sesuai tahapan butir 4.6.1.3). Lanjutkan dengan analisis. Larutan ini diberi nama blanko untuk **Fraksi Analisis 1A dan 1B**.
- Gabungkan 100 mL blanko HNO_3 dengan 200 mL blanko H_2O_2 dari Penampung No.9. Lakukan destruksi (sesuai tahapan butir 4.6.1.4) dan analisis. Larutan ini diberi nama blanko **Fraksi Analisis 2A dan 2B**.
- Destruksi 100 mL blanko HNO_3 dari Penampung No. 8A sesuai tahapan butir 4.6.1.5 dan lakukan analisis. Larutan ini diberi nama blanko **Fraksi Analisis 3A**.
- Gabungkan 100 mL larutan Blanko KMnO_4 dari Penampung No. 10 dengan 33 mL air suling dari Penampung No. 8B. Lakukan penyaringan sesuai butir 4.6.1.5 tanpa pengenceran. Lakukan analisis dalam rentang waktu 48 jam. Gunakan volume 400 mL untuk perhitungan massa blanko. Gunakan volume aktual untuk perhitungan massa blanko lainnya.
- Destruksi filter yang telah digunakan untuk menyaring endapan coklat MnO_2 dari blanko **Fraksi Contoh Uji 3B** sesuai butir 4.6.1.5.
- Saring larutan blanko HCl dari Penampung No. 11 menggunakan *Whatman* 40 atau yang setara ke dalam labu ukur 500 mL. Encerkan sampai tanda batas dengan air suling. Larutan ini diberi nama blanko **Fraksi Analisis 3C**.

Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

A.1 Lembar kerja pengambilan contoh uji

Catat minimal hal-hal sebagai berikut pada lembar kerja pengambilan contoh uji:

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analis.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Batas deteksi.
- 5) Rekaman kurva kalibrasi.
- 6) Data pengambilan contoh uji.
- 7) Data proses.
- 8) Hasil pengukuran blanko.
- 9) Hasil pengukuran contoh uji.

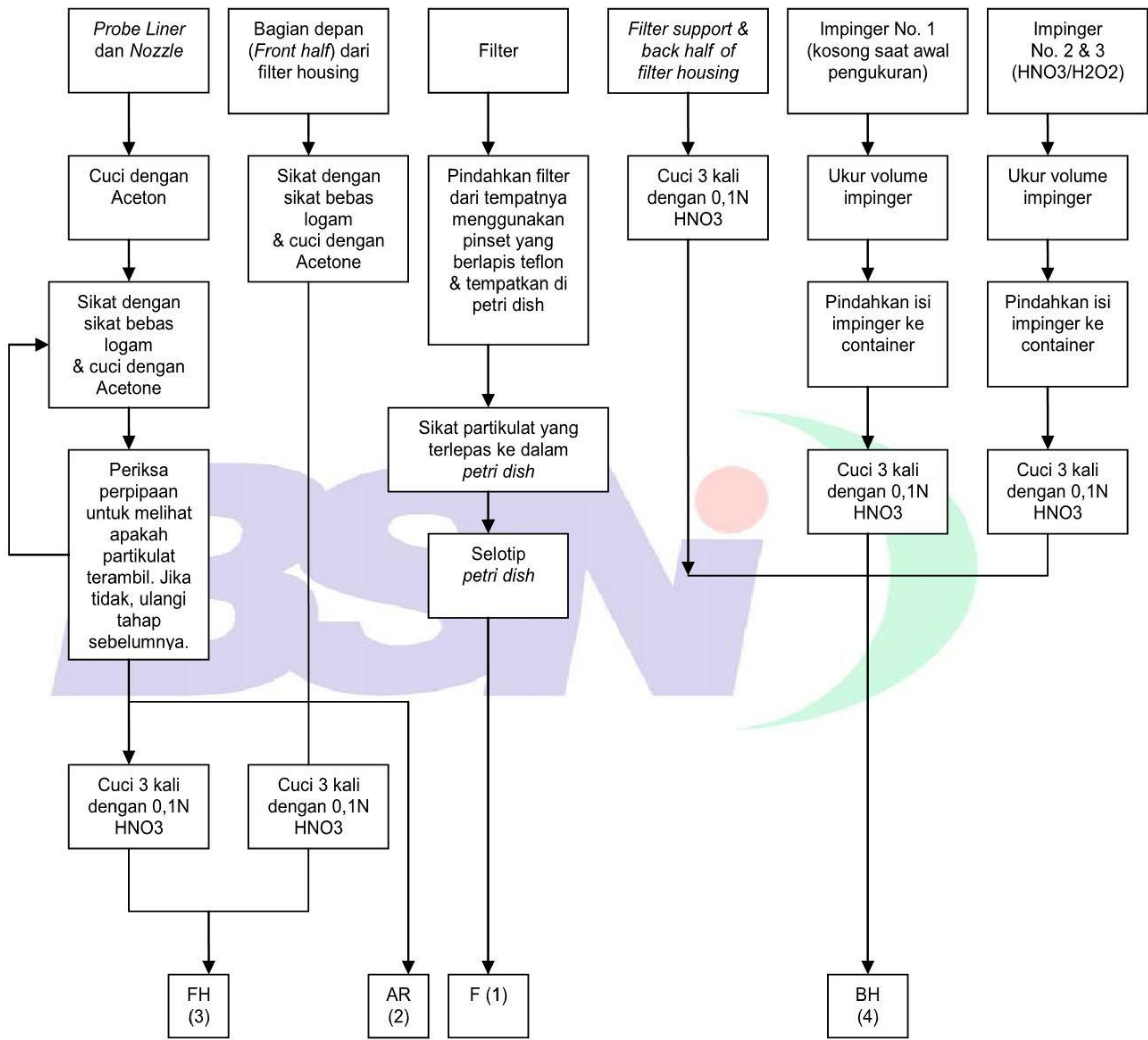
A.2 Lembar kerja cara uji

Catat minimal hal-hal sebagai berikut pada lembar kerja cara uji:

- 1) Parameter yang dianalisis
- 2) Nama analis
- 3) Tanggal analisis
- 4) Batas deteksi
- 5) Rekaman kurva kalibrasi
- 6) Data pengambilan contoh uji
- 7) Data proses
- 8) Hasil pengukuran blanko
- 9) Hasil pengukuran contoh uji

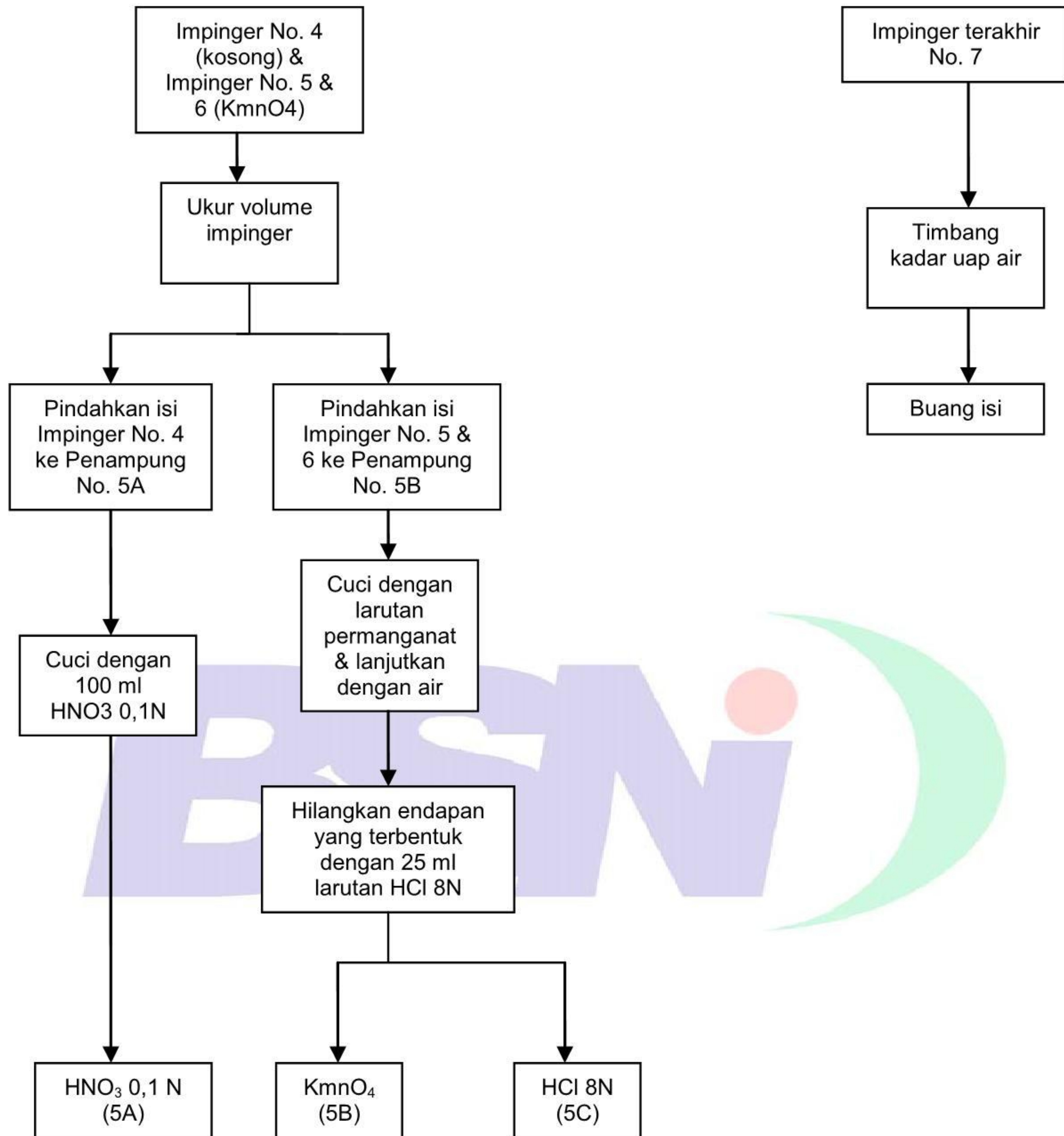
Lampiran B
(informatif)
Diagram alir perolehan kembali contoh uji

B.1 Perolehan kembali contoh uji bagian 1



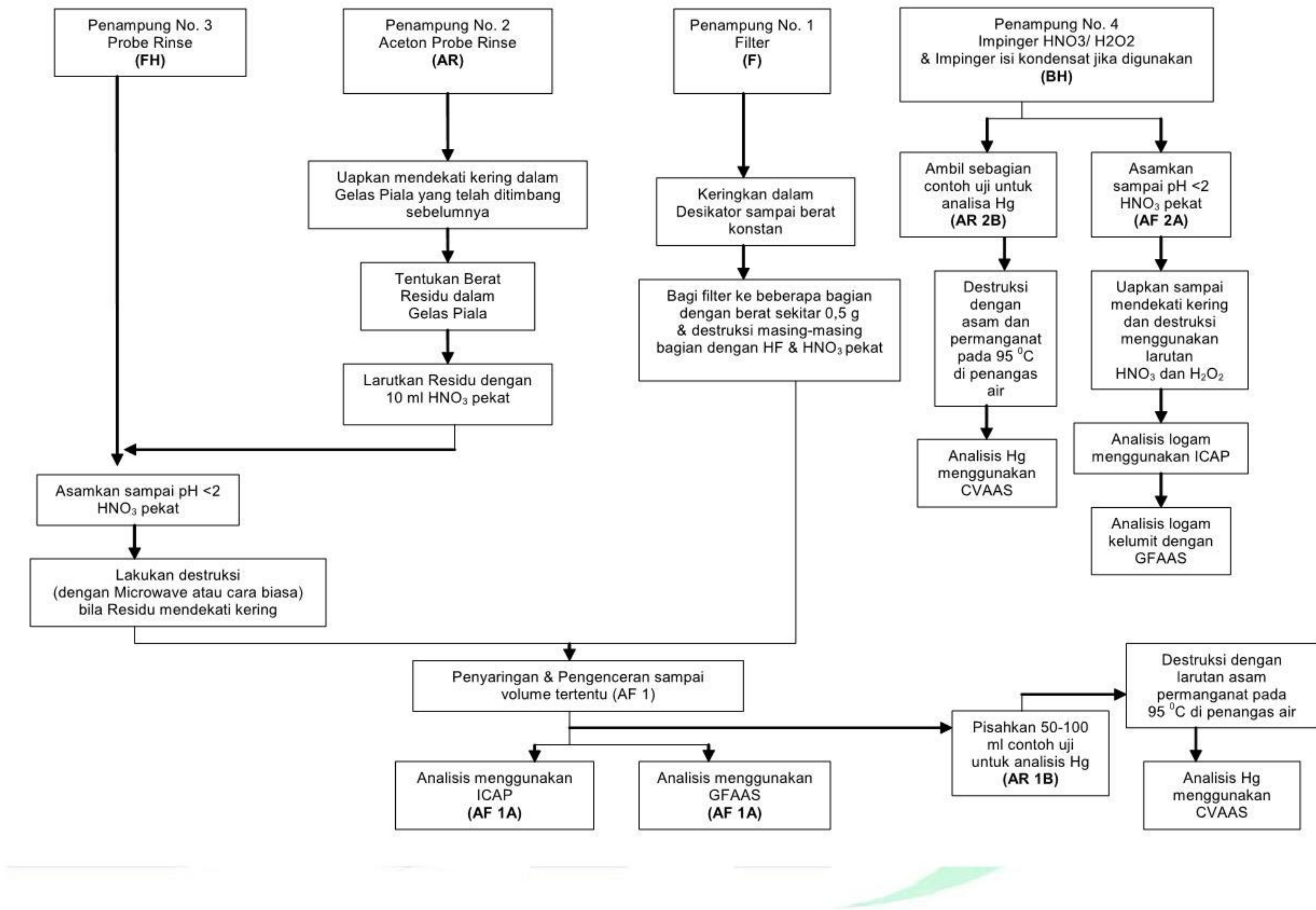
Gambar B.1 - Diagram alir perolehan kembali contoh uji (Bagian 1)

B.2 Perolehan kembali contoh uji bagian 2



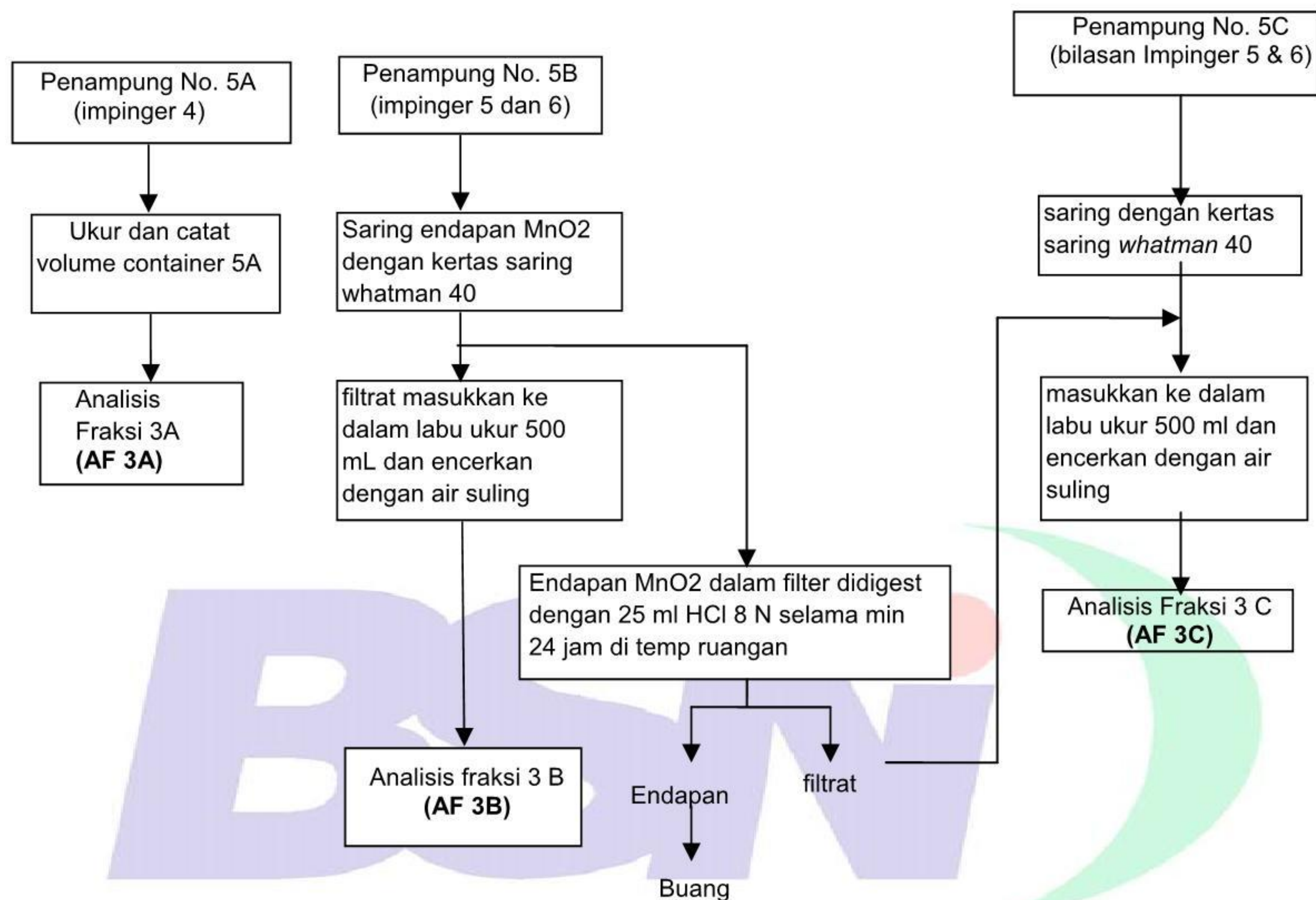
Gambar B.2 - Diagram alir perolehan kembali contoh uji (bagian 2)

Lampiran C
(informatif)
Diagram alir persiapan dan pelaksanaan pengujian
penampung no. 1, 2, 3 dan 4



Gambar C.1 - Diagram alir persiapan dan pelaksanaan pengujian
penampung no.1 , 2, 3 dan 4

Lampiran D
(informatif)
Diagram alir persiapan dan pelaksanaan pengujian
penampung no. 5A, 5B dan 5C



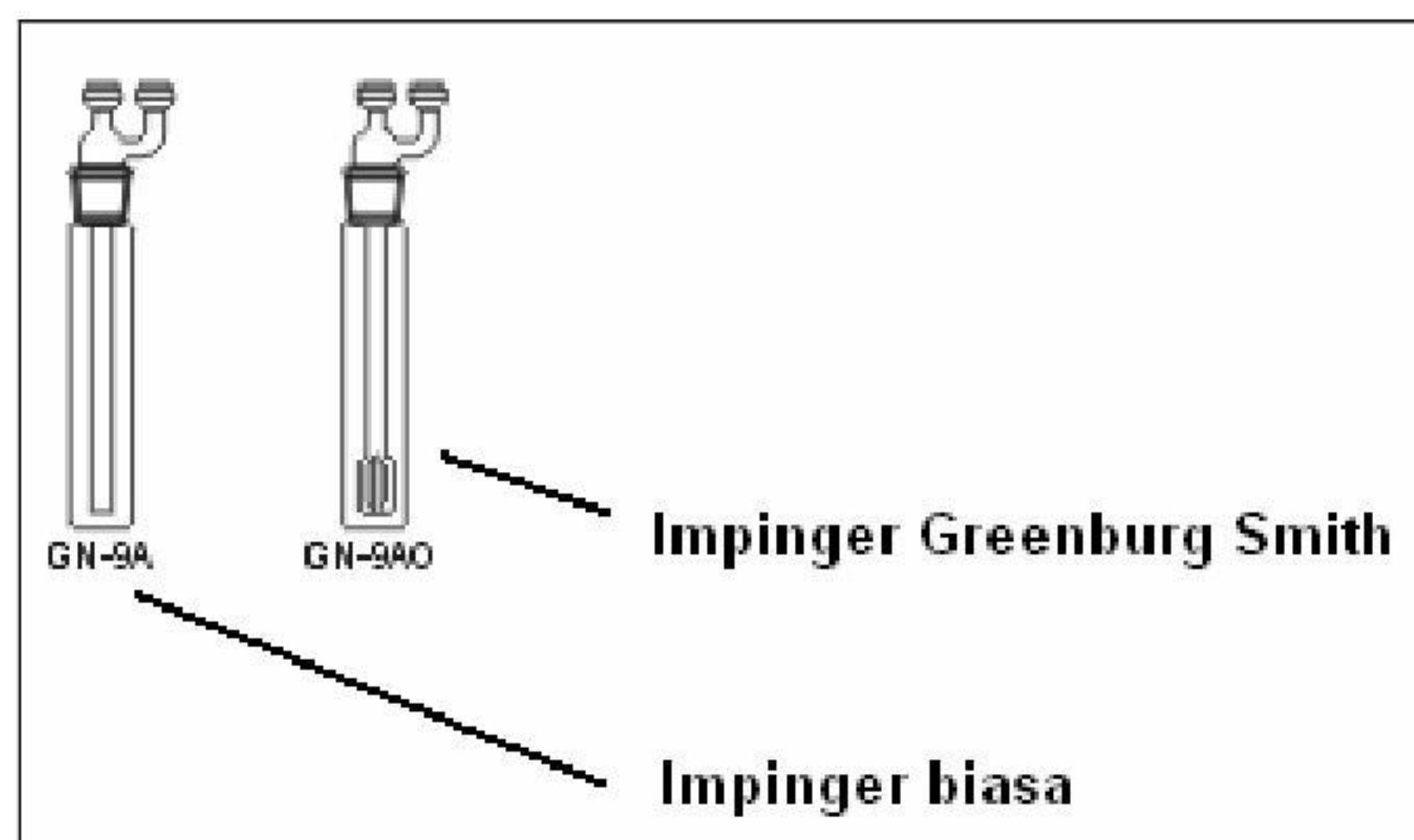
Gambar D.1 - Diagram alir persiapan dan pelaksanaan pengujian
penampung no. 5A, 5B dan 5C

Lampiran E
(normatif)
Metoda pengukuran masing-masing logam

**Tabel E.1 - Metoda pengukuran masing-masing logam
dengan beberapa alat analisis**

No	Logam	Metoda Analisa		Keterangan
		AAS	GFAAS	
1	Hg	SNI-06-6964.2-2003		CVAAS atau mercury Analyzer
2	Pb	SNI-06-6989.8-2004 SNI-06-6989.45-2005 (ekstraksi)	SNI-06-6989.46-2005	
3	As	SNI M-22-1991-03 Hidrid Std Method (3114B)-Hidrid	SNI-06-6989.54-2005	
4	Cd	SNI 06-6989.16-2004 SNI 06-6989.37-2005 (ekstraksi)	SNI 06-6989.38-2005	
5	Cr (total)	SNI 06-6989.17-2004 Std Method (3111C)- Ekstraksi	SNI-06-2513-1991	
6	Sb	StdMethod (3111B) Std Method (3113B)-AAS Elektrotermal		Std Method (3125)- ICP MS
7	Be	Std Method (3111D) Std Method (3111E) Std Method (3113B)		Std Method (3120 dan 3125)-ICP MS
8	Co	SNI M-40-1990-03 SNI-06-2473-1991(ekstraksi)	SNI-06-2472-1991	
9	Cu	SNI 06-6989.6-2004 Std Method (3111C)- Ekstraksi		
10	Mn	SNI 06-6989.5-2004 SNI-06-6989.41-2005 (ekstraksi)	SNI 06-6989.42-2005	
11	Ni	SNI-06-6989.18-2004 SNI-06-6989.47-2005 (ekstraksi)	SNI 06-6989.48-2005	
12	Se	Std Method (3114B)-Hidrid	SNI-06-2475-1991	
13	Ag	SNI-06-6989.33-2005 Std Method (3111C)- Ekstraksi		
14	Tl	Std Method (3111B)-Direct Flame Std Method (3113B)- Elektrotermal		
15	Zn	SNI 06-6989.7-2004 SNI 06-6989.43-2005 (ekstraksi)	SNI 06-6989.44-2005	
16	Al	SNI 06-6989.34-2005	SNI 06-6989.36-2005	
17	Fe	SNI 06-6989.4-2004 SNI 06-6989.49-2005 (ekstraksi)	SNI 06-6989.50-2005	

Lampiran F
(informatif)
Disain *impinger*



Gambar F.1 - Disain *impinger*



Bibliografi

Kep-205/BAPEDAL/07/1996 tentang *Pedoman Teknis Pengendalian Pencemaran Udara Sumber Tidak Bergerak*, BAPEDAL.

Perry. 1986. *Chemical Engineering Handbook*. Mc Graw - Hill. USA.

Isokinetic Glassware, *Apex Instruments Source Testing Equipment*.

Whatman Filter Papers Catalogue.













BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id